

Le changement structural des verres métalliques massifs

B.NOR¹, K.RAHMOUN¹

(¹) Département de physique, Faculté des sciences, Université de Tlemcen, B.P 119, 13000, Tlemcen, Algérie.
Email :norseti@yahoo.fr

Résumé :

La synthèse du verre métallique massive est toute récente et malgré l'amélioration constante des techniques, il est encore difficile à l'heure actuelle d'obtenir, pour certaines compositions, des matériaux totalement amorphes, en effet, on peut observer une nano voire une micro-cristallisation de l'alliage lors de la synthèse dans certaines conditions. Le contrôle de celle ci est donc primordial.

Une autre propriété intéressante des verres métalliques est de pouvoir être mise en forme à basse température par rapport à la température de fusion.

Les propriétés mécaniques de ce verre ont été mesurées à température ambiante et à chaud : dureté, modules élastiques, fréquence de résonance.

Abstract :

The synthesis of bulk metallic glass is very recent and despite the constant improvement of techniques, it is still difficult at the moment to obtain, for some compositions, completely amorphous materials, indeed, we can observe a nano or a micro-crystallization of the alloy during the synthesis in certain conditions. Its control is essential.

Another interesting property of metallic glasses is to be formed at low temperatures compared to the melting temperature.

The mechanical properties of this glass have been determined at room and high temperature: Hardness, elastic modulus and resonance frequency .

Mots clefs : dureté, modules élastiques, nano indentation, relaxation structurale.

1 Introduction

Les verres métalliques ont commencé à être produits suivant les méthodes de melt spinning dans les années 1960, et il faut attendre le début des années 1980 pour qu'ils soient élaborés sous forme massive, c'est-à-dire avec une plus petite dimension supérieure au millimètre, par des techniques de creuset froid. Ces alliages se définissent avant tout par leur absence d'ordre à longue distance, qui leur confère des propriétés mécaniques profondément différentes de celles de leurs homologues cristallins.

La propriété qui conditionne les applications des verres métalliques massifs est bien sa stabilité thermique.

Lors d'un chauffage, l'état vitreux va évoluer par un réarrangement atomique vers un état ordonné cristallin ou quasi cristallin.

2 Description de l'expérience

2.1 La technique RFDA

Les études ont été faites sur des échantillons issus de la même plaque de verre métallique massif $Zr_{55} Cu_{30} Al_{10} Ni_5$ de 1.4 mm d'épaisseur (Figure1).



Figure 1 : Verre métallique massif $Zr_{55} Cu_{30} Al_{10} Ni_5$ synthétisé sous forme de plaque par Y.Kawamura .

Les propriétés mécaniques du verre métallique massif brut $Zr_{55} Cu_{30} Al_{10} Ni_5$, mesurées à température ambiante, ont été regroupées comme suit :

ρ (g/cm³): $6,83 \pm 0,01$; E(GPa): $94,8 \pm 3$; G(GPa) : $34,7 \pm 0,9$; ν : $0,368 \pm 0,002$; H_v (Kg/mm²) : 489 ± 24 ; H_v (GPa) : $4,9 \pm 0,2$.

Tous les échantillons utilisés ont les mêmes propriétés mécaniques à température ambiante.

Les changements d'état de matière ainsi que les différentes étapes de la cristallisation ont été observés par la mesure in situ du module d'Young E en température par la technique RFDA en mode flexion. (Figure2).

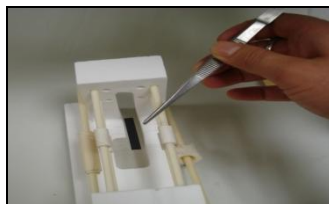


Figure2.: Réglage de la distance entre les nœuds

Nous avons chauffé un échantillon de $Zr_{55} Cu_{30} Al_{10} Ni_5$ à partir de l'état vitreux, de la température ambiante jusqu'à 450°C au delà de la température de transition (400°C). Une vitesse de chauffage de 5°C/min est utilisée entre la température ambiante et 450 °C.

À 450 °C, on a fait un palier qui a duré 5h ; ensuite l'alliage est refroidi jusqu'à la température 56 °C à un taux de refroidissement de 5°C/min. (Figure3).

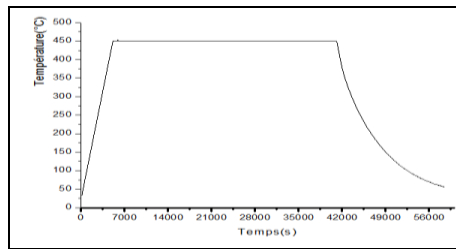


Figure 3: Le cycle de la température

En plus des propriétés de l'échantillon, le réglage de certains paramètres était primordial: fréquence de vibration de l'échantillon, puissance d'impulsion, l'intervalle de temps entre deux mesures successives et le temps total de la mesure (Figure4). [2]

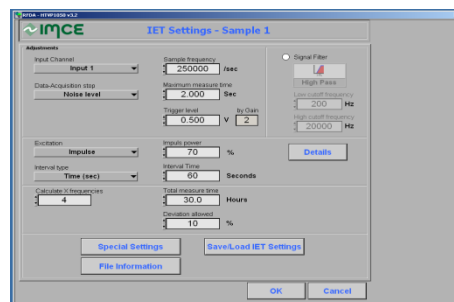


Figure 4: Fixations des paramètres

Pour les échantillons, le software donne des informations sur le module de Young E (en mode flexion), la fréquence de résonance, l'amortissement et le signal chaque 30 secondes (Figure 5).

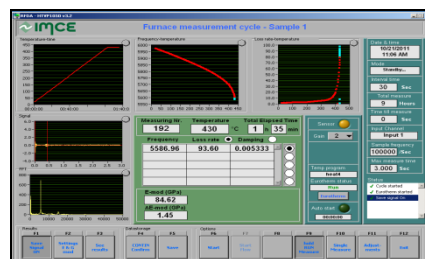


Figure 5: RFDA HT

On a effectué la même expérience mais cette fois ci pour un verre à vitre qui peut être considéré comme l'étalon. Les résultats obtenus sont présentés dans les courbes suivantes (Figures 6 a et b) :

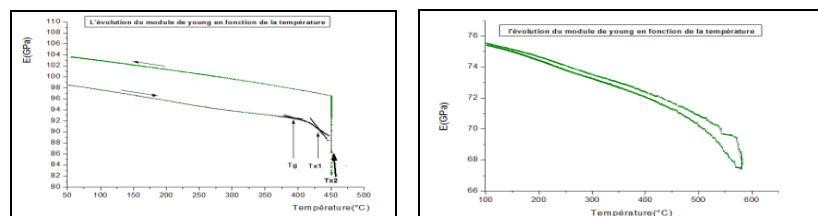


Figure 6 : L'évolution du module de Young pour :

A : un verre métallique massif (l'échantillon 7) après un chauffage thermique jusqu'à 450°C.
B : un verre à vitre après un chauffage thermique jusqu'à 580°C.

On constate, après refroidissement du matériau cristallisé, que le module de Young est passé de 98,66 à 103,65 GPa ce qui fait une augmentation effective de 5,06 %. Cette dernière est une caractéristique spécifique pour les verres métalliques massifs.

Les propriétés mécaniques du verre métallique massif $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ après traitement thermique, ont été regroupées comme suit :

$E(\text{GPa})$: $123,5 \pm 9,8$; $G(\text{GPa})$: $47,1 \pm 1,9$; ν : $0,30 \pm 0,006$; $H_v (\text{Kg/mm}^2)$: $620,2 \pm 24$.

En comparant entre les différentes propriétés mécaniques avant et après le traitement thermique, on constate bien l'augmentation des valeurs des modules d'Young et de cisaillement G , ainsi que la dureté Vickers.

Pour vérifier la cristallisation de la plaque, nous étions obligés de faire la diffraction des rayons x.

2.2 La DRX

Les diagrammes DRX de verres métalliques massifs ont été enregistrés en utilisant un diffractomètre Philips PW3710 (Figure 7).



Figure 7 : Diffractomètre de rayons X

Les figures (8.1 et 8.2), présentent les spectres obtenus après les cycles de chauffages /refroidissement et avec un temps d'acquisition et de traitement de 30 secondes par spectre.

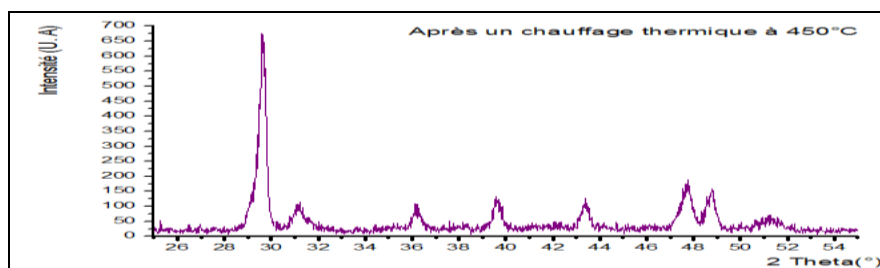
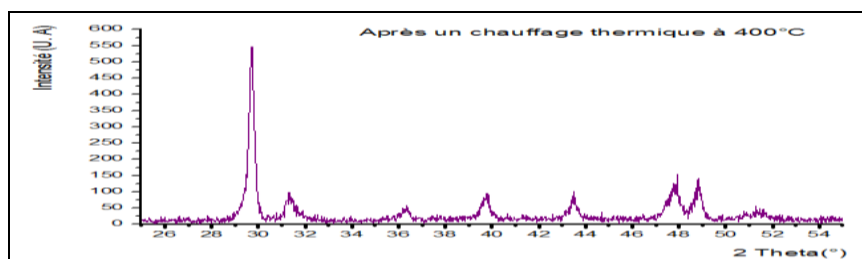


Figure 8 : Le spectre de diffraction RX obtenu après différents recuits (5°C/min) :
 1- un chauffage thermique à 400°C .2) un chauffage thermique à 450°C.

Les clichés de la diffraction des rayons x par les différents échantillons du verre métallique massif montrent des phases cristallines qui sont pratiquement les mêmes pour les différents échantillons ; ce qui nous a ramené à penser de faire une analyse chimique de surface et au cœur de l'échantillon, pour voir l'origine du noircissement de la surface et la composition chimique à la surface et au cœur de l'échantillon.

2.3 La microscopie électronique à balayage

La morphologie de ces oxydes a été observée en microscopie électronique à balayage JOEL. JSM 6301 F Scanning Microscope (figure9), nous avons appliqué une tension d'accélération de 7 KV.



Figure 9: Microscope électronique a balayage JSM 6400

Les images obtenues sont présentées ci-dessus :

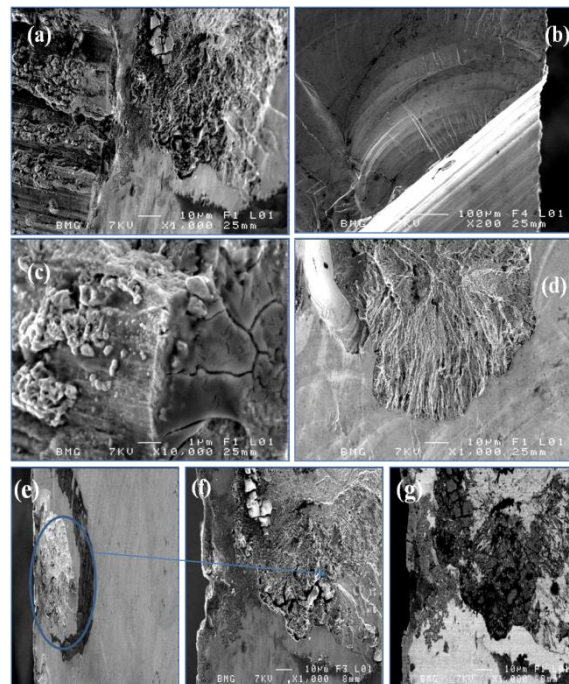


Figure 10 : Images MEB du $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$.

Les images obtenues par le microscope électronique à balayage montrent bien que la plaque (l'échantillon 7) s'est oxydée en surface (figure 10 (a),(b)). Ce phénomène n'est pas le seul, on trouve des trous (figure 10 (e),(f),(g)) et des inclusions cristallisées à une certaine distance de la surface (figure 10 (c) ;(d)).

Les oxydes donnent des images très irrégulières, ils laissent des croutes qui ont retenu l'eau après le nettoyage (figure 10 (c) ;(d)).

3 Conclusion

Ce travail porte sur l'étude, à température ambiante et à plus haute température, des propriétés mécaniques du verre métallique massif $Zr_{55} Cu_{30} Al_{10} Ni_5$.

Mis à part la mesure de dureté ($H_V = 500$ en moyenne) et du module de Young E , des essais d'indentation à température ambiante ont permis d'appréhender le comportement à la déformation de ce verre.

Références

- [1] S. M. Metev and V. P. Veiko, Y. Champion. M. Blétry. *Propriétés mécaniques des verres métalliques*, *Techniques de l'ingénieur*, n 2720.
- [2] M. Mostefa et G.Olivier , *Physique des matériaux inhomogènes* ,fascicule II.USTO.1988
- [3] M-L Vaillant.. *Stabilité physico-chimique et propriétés mécaniques d'un verre métallique massif de l'ambiante à 600°C*. Thèse de doctorat .Université de Rennes 1.2003